

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-138089

(43)Date of publication of application : 25.05.1999

(51)Int.Cl. B05D 1/26  
B05B 1/00

(21)Application number : 09-304078

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE &  
TECHNOL

(22)Date of filing : 06.11.1997

(72)Inventor : TANIGAWA TAMIO  
HASHIMOTO YOSHIYUKI  
ARAI TATSUO

## (54) TRACE AMOUNT DROPLET COATING METHOD

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a trace amount droplet method used in industrial fields such as the chemical field, the very small-scale assembly and the like in which the coating of the trace amount droplets is required.

**SOLUTION:** A very small pipette-shaped glass needle 1 of outer diameter of 2-5  $\mu\text{m}$  and the inner diameter of 1-3  $\mu\text{m}$  is manufactured by applying heat and tension to a glass fiber contained glass tube of the outer diameter of 1-2 mm, and a liquid 4 of trace amount is introduced from the tip of the glass needle 1 by utilizing the capillarity of glass fibers, and pressure is applied toward the root of the needle upward to carry out the coating on a desired site.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.11.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2972865

[Date of registration] 03.09.1999

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-138089

(43) 公開日 平成11年(1999) 5月25日

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

識別記号

P I

B 0 5 D 1/26

B 0 5 D 1/26

Z

B 0 5 B 1/00

B 0 5 B 1/00

Z

審査請求 有 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平9-304078

(22) 出願日 平成9年(1997)11月6日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成9年9月12日  
 社団法人日本ロボット学会発行の「第15回日本ロボット  
 学会学術講演会予稿集」に発表

(71) 出願人 000001144

工業技術院長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(72) 発明者 谷川 民生

茨城県つくば市並木1丁目2番地 工業技

術院 機械技術研究所内

(72) 発明者 橋本 佐幸

茨城県つくば市春日2-13-1 ジェネス

ツクバ203

(72) 発明者 新井 健生

茨城県つくば市松代5-554-2

(74) 指定代理人 工業技術院機械技術研究所長

(54) 【発明の名称】 微量液滴塗布法

(57) 【要約】

【課題】 化学分野、微細組立など、極めて微量の液滴を塗布する必要がある産業分野で用いられる微量液滴塗布法を提案する。

【解決手段】 外径1~2 mmのガラス繊維入りガラス管に熱及び張力を加えて伸張することにより外径2~5  $\mu$ m、内径1~3  $\mu$ mの微小ピペット状ガラス針1を製作し、微量の液状体4を前記ガラス針1の先端からガラス繊維の毛細管現象を利用して導入し、それを根本から圧力を加えることによって、希望する箇所に塗布する。



(2)

特開平11-138089

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 外径1～2 mmのガラス繊維入りガラス管に熱及び張力を加えて伸張することにより外径2～5  $\mu\text{m}$ 、内径1～3  $\mu\text{m}$ の微小ピペット状ガラス針を作製し、微量量の液状体を前記ガラス針の先端からガラス繊維の毛細管現象を利用して導入し、それを根本から圧力を加えることによって、希望する箇所に塗布することを特徴とする微量量液滴塗布法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、化学分野、微細組立など、極めて微量量の液滴を塗布する必要がある産業分野で用いられる微量量液滴塗布法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来より、化学分野などで微量量の試薬類を塗布したり、微細組立において微小部品を接着するための微量量の接着剤を塗布する手法が種々提案されている。例えば管の内部、即ち中空の空洞内に接着剤等の液状体を満たし、それを根本から圧力を加えることによって押し出し塗布する方法が知られている。この方法は、後述する針の先端に液状体を付着させて転着させる方法に比べて液状体の種類や作業環境等に比較的影響を受け難いという利点を有している。この方法を用いて吐出される液状体の量を制御できるようにし、自動化に容易に対応できるようにしたものが分注器（ディスペンサ）である。しかし、このディスペンサは圧力で塗布量を制御するものであってしかもその管径の微小化に限界があるため、微量量の液状体を正確に押し出すことが非常に困難であり、塗布できる液状体の最少量に限界がある。即ち、より微量量の塗布を実現するためには針先を先鋭化する必要があるが、針先を先鋭化するほど圧力の変化に対する塗布量の変化は大きくなり、圧力の制御で塗布量を制御するためには、高い精度を持った圧力制御が必要となる。因みにこのディスペンサで塗布できる液状体の最少量は現在のところ $1\text{mm}^3$ （ $10^{-3}\text{l}$ ）である。その他にも管を用いるこの種の方式としては、シリンジやピペットが知られているが、この場合には熱縮した作業が必要であり、気泡等も入りやすく、管径については前記ディスペンサと同様の問題を有している。

尚、この方法における塗布可能な最少量は $0.1\text{mm}^3$ （ $10^{-4}\text{l}$ ）である。

【0003】 一方、針の先端に液状体を付着させてこれを塗布箇所に転着させる方法が知られ、特にこれをマイクロ接着において自動化しようとする報告【日本機械学会論文（C編）61巻581号（1995. 1）318～323頁】もなされている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前記針の先端に液状体を付着させて転着させる方法では、針の先端形状や寸法、付着に際して液状体に没入させる針の

長さ、針を取り扱うとき（液状体への没入時間、塗布するまでの時間、転着時の接触時間など）にかかる種々の時間、液状体の粘度、粘度に影響する気温、湿度などの各種のパラメータが種々に関連して塗布量を左右するという問題がある。その他にも針と液状体との濡れ性なども塗布量がばらつく原因となる。そのため、この方法では、前記各種のパラメータについて十分に検討し、厳正に設定された一定の条件下にて実施する必要がある。しかも、この方法は前述のディスペンサやシリンジ、ピペットを用いる場合と異なり、液状体の種類や作業環境を変更する場合には、その都度面倒な前装を行う必要があった。さらに、この方法における塗布可能な最少量は $0.01\text{mm}^3$ （ $10^{-5}\text{l}$ ）に過ぎなかった。そこで、本発明者らは、液状体の種類や作業環境により影響を受け難く、より微量量の液滴、即ち数フェムトリットル（ $10^{-15}\text{l}$ ）以下の塗布量の液滴を塗布することを目的として鋭意検討した。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は上記に鑑み提案されたもので、外径1～2 mm（外径1 mm以上2 mm以下）のガラス繊維入りガラス管に熱及び張力を加えて伸張することにより外径2～5  $\mu\text{m}$ （外径2  $\mu\text{m}$ 以上5  $\mu\text{m}$ 以下）、内径1～3  $\mu\text{m}$ （内径1  $\mu\text{m}$ 以上3  $\mu\text{m}$ 以下）の微小ピペット状ガラス針を作製し、数フェムトリットル以下の極めて微量量の液状体を前記ガラス針の先端からガラス繊維の毛細管現象を利用して希望する量まで導入し、それを根本から圧力を加えることによって、希望する箇所に塗布することを特徴とする微量量液滴塗布法に関するものである。

## 【0006】

【発明の実施の形態】 以下に、前記本発明を詳述する。まず、外径1～2 mmのガラス繊維入りガラス管に熱及び張力を加えて伸張することにより外径2～5  $\mu\text{m}$ 、内径1～3  $\mu\text{m}$ の微小ピペット状ガラス針を作製する。この外径1～2 mmのガラス繊維入りガラス管は、管内部に100  $\mu\text{m}$ 程度のガラス繊維が入っている構造であり、生体細胞や培養細胞の処理分野用として既に市場に提供されているものを用いることができる。このガラス管を伸張するには、両手でガラス管を保持した状態でバーナー等の炎熱にガラス管の一部を曝して左右方向に張力を加えるようにしても良いが、一定形状のガラス針を作製するためには既に市販されている装置を使用することが望ましい。この装置は、ガラス管の一部に電気による熱を加え、荷重の作用（張力）でガラス管を伸張して、引きちぎる構造であり、再現性のある均一な処理が可能である。尚、伸張したガラス針の外径を2～5  $\mu\text{m}$ に、内径を1～3  $\mu\text{m}$ にした理由は、ひとつに光学式顕微鏡での観察できる分解能が外径2  $\mu\text{m}$ （内径1  $\mu\text{m}$ ）に満たない場合には困難になってくるということがあ

(3)

特開平11-138089

3

4

合には5 kgf/cm<sup>2</sup>以上の加圧力でなければガラス針内に導入した液状体を吐出できずしかも飛散する虞があるということが挙げられる。また、毛細管現象により導入する液状体の高さにより導入量を制御するため、マイクロリットルオーダーの液滴塗布を目的とする場合には支障ないが、フェムトリットルオーダーの微量液滴塗布を目的とする本発明では外径5 μm（内径3 μm）を越えると、導入する液状体の高さにばらつきを生じ、結果的に塗布量がばらつくものとなる。

【0007】次に、前記のように作製した微小ビベット状ガラス針の先端を液状体（供給母剤）中に挿入し、毛細管現象を利用して希望する量の液状体を導入する。液状体については特に限定するものでなく、単成分から成る液体、溶液、ディスペーションなどでもよい。したがって各種分野にて本発明を適用することができる。液状体の粘度は、毛細管現象により導入する程度に低粘度であれば良く、ガラス針の外周に付着するような粘度は好ましくない。例えばガラス針の外周に適宜筆記具等により印や目盛を施しておけば、液状体の導入状況を顕微鏡による目視で確認しながら、希望する量（導入部分の長さ）になった段階で液状体（供給母剤）中から容易にガラス針の先端を取り出すことができる。尚、ガラス繊維が入っていない通常の中空の針では、外径が数μmサイズになると液状体を導入することができない。

【0008】続いて、塗布したい箇所にガラス針の先端を接触させ或いは近接状に臨ませ、根本から適当な圧力を加えることにより、ガラス針の内部に導入した液状体を全て押し出して塗布する。ガラス針の内部には希望量の液状体が導入されているので、圧力制御する必要がなく全て押し出し塗布すればよい。

【0009】以上の三工程からなる本発明では、液状体の種類や作業環境により影響を受け難く、容易に数フェムトリットル以下の液滴を塗布することができる。例えば前述の針の先端に液状体を付着させて転着させる方法では、液状体の粘度や針を取り扱うときにかかる種々の時間、濡れ性など、多様なパラメータが塗布量を左右していたが、本発明においてはこれらのパラメータは殆ど影響ない。具体的には本発明では毛細管現象によりガラス針の先端から導入される液状体であれば、その粘度の大小は導入量、即ち塗布量に全く影響しない。また、濡れ性も全く関与しないので、例えば水系の液状体でも非水系の液状体でも同様に処理することができる。さらに、本発明において、ガラス針を液状体（供給母剤）中に挿入して希望する量の液状体を導入する作業は、時間ではなく、前述のように顕微鏡にて目視により容易に制御できる。これに対し、前述の針の先端に付着させる方法では、目視では極めてばらつきが大きくなる（制御できない）ので時間により制御しようとするものである。また、前述のディスペンサやシリンダ、ビベットを使用する方法では、吸引力により液状体を導入して圧力制御

して必要量を吐出するので、気泡が生じ易く、管径の微小化、即ち塗布できる液状体の最少量に限界があった。しかし、本発明においては、毛細管現象により希望量の数フェムトリットル以下の液状体を導入して高圧な圧力制御を必要とすることなく容易に微量の液滴を塗布することができる。

【0010】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。まず、外径1 mmの株式会社ナリシゲ製芯入りガラス管「GD-1」を株式会社ナリシゲ製「マイクロビベット製作器PC-10」を用いて外径2 μm（伸張部分の長さ1 cm）、内径1 μmに伸張した。尚、伸張条件は、60 gの加重を加えて行った。次に、図1に示すように微量液滴塗布を行った。同図中、1はガラス繊維入りガラス管に熱及び張力を加えて伸張させた微小ビベット状ガラス針、2は伸張させたガラス繊維であり、図示した伸張部分の基端は図示しないが伸張前のガラス管に続いている。このガラス針1の先端を水の液滴（直径1 mm～数100 μm程度）3中に挿入し、毛細管現象を利用して希望する微量の水4を導入した後、希望する箇所に先端を臨ませて加圧し、希望量の微量液滴（水滴）4'を塗布した。作業は全て顕微鏡を通して行った。図2（a）に示すようにガラス針1に導入された水4の長さをhとし、塗布した微量液滴4'の直径をdとすると、図2（b）に示す関係が得られた。ほぼ比例関係であるため、本発明では容易に液滴の量を制御することが可能であることが確認できた。尚、直径2 μmの場合、液滴の高さは1 μmであった。これより、液滴の形状は半球状と推測されるため、この場合の液滴の体積は1.17フェムトリットル（10<sup>-15</sup> l）であると推測される。したがって、本発明では容易に数フェムトリットルの微量液滴の塗布が可能であることが確認できた。

【0011】水に代えて接着剤（Norland Products社製「NOA 81」、粘度23.5 cps）を用いて同様な実験を行ったところ、前記図2（b）とほぼ同じ結果が得られた。したがって、毛細管現象でガラス針内に導入できる液状体であればその導入量によって塗布量を制御するため、液状体の種類や粘度には全く影響を受けないことが確認された。

【0012】以上本発明の実施例を示したが、本発明は前記した実施例に限定されるものではなく、特許請求の範囲に記載した構成を変更しない限りどのようにでも実施することができる。

【0013】

【発明の効果】以上説明したように本発明では、従来の各種方法のように液状体の種類や作業環境により影響を受けることなく、しかも従来では到底達成できなかった数フェムトリットル以下の極めて微量の液滴塗布を容易に実施することができる。したがって、例えば化学分

(4)

特開平11-138089

5

6

野などで微量の試薬を塗布したり、微細組立において微小部品を接合するための微量の接着剤を塗布する場合など、各種の分野にての適用が期待される。

【図面の簡単な説明】

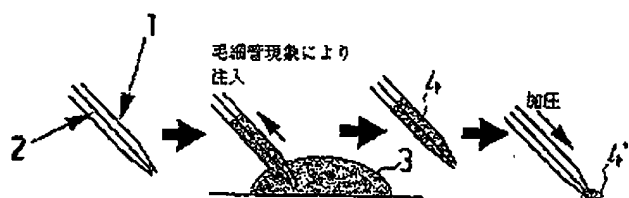
【図1】本発明における液状体の導入工程及び希望する箇所への塗布工程を模式的に示した断面図である。

【図2】導入長さ  $h$  に対する液滴直径  $d$  の関係を示す相関図である。

\*【符号の説明】

- 1 ガラス針
- 2 ガラス微細
- 3 液状体（供給母剤）
- 4 ガラス針に導入された微量の液状体
- 4' 塗布された微量液滴
- d 塗布した微量液滴の直径
- h ガラス針への導入長さ

【図1】



【図2】

